

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-156311

(43)Date of publication of application : 15.06.1999

(51)Int.Cl.

B08B 3/04

(21)Application number : 09-324306

(71)Applicant : SHARP CORP

(22)Date of filing : 26.11.1997

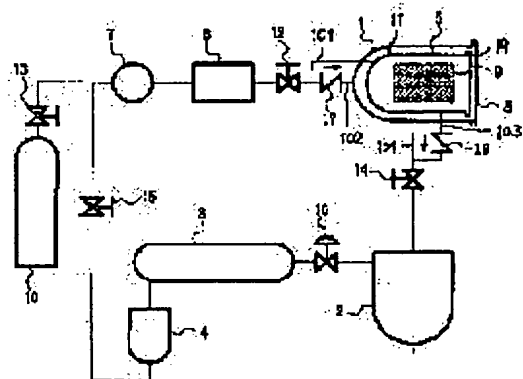
(72)Inventor : FUJITO SHIGEO

## (54) SUPERCRITICAL FLUID WASHING APPARATUS

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a supercritical fluid washing apparatus capable of preventing the contamination of an article to be washed by heavy metals and simple in constitution.

SOLUTION: A washing tank 1 is formed into a double structure and has an inner tank 5 comprising a nonmetallic material therein. The nonmetallic inner tank 5 houses an article 9 to be washed to bring the same into contact with a supercritical fluid. The supercritical fluid is introduced into the nonmetallic inner tank 5 and the gap region outside the tank 5 at the same time and the inside and outside pressures of the nonmetallic inner tank 5 are kept almost constant. Check valves 17, 18 prevent the movement of the supercritical fluid between the nonmetallic inner tank 5 and the gap region 11.



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-156311

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月15日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>  
B 0 8 B 3/04

識別記号

F I  
B 0 8 B 3/04

Z

審査請求 未請求 請求項の数3 O L (全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平9-324306

(22) 出願日 平成9年(1997)11月26日

(71) 出願人 000005049

シャープ株式会社

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号

(72) 発明者 藤戸 重夫

大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シ

ャープ株式会社内

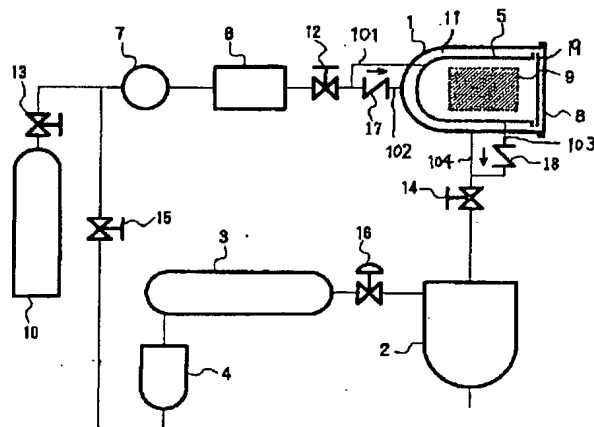
(74) 代理人 弁理士 小池 隆彌

(54) 【発明の名称】 超臨界流体洗浄装置

(57) 【要約】

【課題】 重金属による被洗浄物の汚染を防止でき、且つ、簡単な構成の超臨界流体洗浄装置を提供する。

【解決手段】 洗浄槽1は2重構造となっており、内部に非金属材料からなる非金属製内槽5を有している。非金属製内槽5は被洗浄物9を載置して超臨界流体との接触を行う。非金属製内槽5の内部及びその外側の隙間領域11には同時に超臨界流体が導出入され、非金属製内槽5の内外の圧力は略一定に保たれる。逆止弁17、18は非金属製内槽5と隙間領域11との間の超臨界流体の移動を防止する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 超臨界流体に被洗浄物質を接触させることで、前記被洗浄物質を洗浄する超臨界流体洗浄装置において、非金属材料からなり前記被洗浄物質を載置して超臨界流体と接触させる非金属製内槽を、内部に有する2重槽構造の洗浄槽と、前記非金属製内槽の内外の圧力を略同一とする圧力調整手段と、を有することを特徴とする超臨界流体洗浄装置。

【請求項2】 超臨界流体に被洗浄物質を接触させることで、前記被洗浄物質を洗浄する超臨界流体洗浄装置において、非金属材料からなり前記被洗浄物質を載置して超臨界流体と接触させる非金属製内槽を、内部に有する2重槽構造の洗浄槽と、前記非金属製内槽の内部及び外部に同時に超臨界流体を導出入せしめる超臨界流体供給手段と、前記非金属製内槽の外部から内部への超臨界流体の移動を防止する防止手段を有してなることを特徴とする超臨界流体洗浄装置。

【請求項3】 超臨界流体に被洗浄物質を接触させることで、前記被洗浄物質を洗浄する超臨界流体洗浄装置において、非金属材料からなり前記被洗浄物質を載置して超臨界流体と接触させる非金属製内槽を、内部に有する2重槽構造の洗浄槽と、前記非金属製内槽の内部及び外部の圧力を検出する圧力検出手段と、該圧力検出手段の出力に基づき、前記非金属製内槽の内部及び外部の圧力を略同一としながら、前記非金属製内槽の内部及び外部に同時に超臨界流体を導出入せしめる同圧超臨界流体供給手段と、を有してなることを特徴とする超臨界流体洗浄装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、超臨界状態の洗浄溶媒を用いて、液晶・半導体などを洗浄する超臨界流体洗浄装置に関し、特に、重金属汚染物の発生が極力少ない超臨界流体洗浄装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】現在、液晶・半導体などの洗浄において、広く一般に行われている洗浄方法には、有機溶剤、水、酸やアルカリ水溶液などの溶媒を利用する湿式洗浄、超臨界流体を溶媒とする超臨界流体洗浄、光の酸化作用を利用するドライ洗浄などの方法がある。

【0003】各種洗浄で最も広く普及している方法は湿式洗浄である。湿式洗浄は溶媒となる有機溶剤、水、酸、アルカリなどの溶媒となる液体特有の溶解性能を利用して、溶媒中に汚れを均一に分散することにより洗浄

を行う。

【0004】また、物理的な手段、例えば、超音波・シャワー・攪拌などを付加することが容易であり、これにより、一層洗浄性能を向上させることができる。更にバッチ処理を行い易く、容易に高い洗浄レベルを得ることができる。しかしながら、この湿式洗浄には、乾燥工程が必ず必要となるとか、装置のスペースが大きくなってしまふといった問題点もある。

【0005】ドライ洗浄は、紫外線、プラズマ、固体噴射などによりワーク表面に強力なエネルギーを加えることにより汚れを変質させる、弾き飛ばすことにより洗浄を行う。ここでは、湿式洗浄で必要であった、乾燥工程が不要であり、この点において有利である。しかしながら、ドライ洗浄では、湿式洗浄に比較して高い洗浄レベルを得ることが困難であり、また、汚れの選択性が高いために、用途が限られてしまうという問題がある。

【0006】超臨界流体洗浄は、超臨界流体特有の性質である粘度・密度・拡散係数を利用して湿式洗浄に近い洗浄を行う方式である。超臨界流体とは、十分な加圧を行っても液体にならない状態にある気体の総称であるが、ここで言う超臨界流体とは物質固有の臨界圧力・臨界温度を越えた1相領域にある流体のことを指す。

【0007】この超臨界流体は、気体と液体の中間の粘度・拡散係数・密度・溶解力を有する、元来気体である物質を圧縮したものであるため圧力を通常圧に戻せば気体として振る舞う、といった性質を有している。

【0008】この超臨界流体を用いた洗浄では、従来から行われていた湿式洗浄と比較して、微細化に対応し易い、圧力を通常圧に戻せば気体として振る舞うため、乾燥工程が不要である、素早い処理が可能である、無毒性のガスを使用できる、排水が出ない、添加溶剤を加えることで溶解力を自由にコントロールできる、装置を小型化できるなどの多くの利点がある。

【0009】超臨界流体洗浄装置は、従来から用いられてきた超臨界流体抽出・超臨界流体クロマトグラフィーと同様な機構を有する。図3はこの超臨界流体洗浄装置の構成を示す概略ブロック図である。この超臨界流体洗浄装置は、超臨界流体にするべき洗浄溶媒（液体）を保持するサイホン管付き液取りポンペヤコールドエバポレーターからなる容器29、ポンプ26及びヒーター25、被洗浄物28を入れる耐圧洗浄槽21、分離層22、液化装置3、液溜器24及び仕切り弁31～34、減圧弁35からなる。

【0010】次に、図3の超臨界流体洗浄装置の洗浄方法を説明する。まず、耐圧性の洗浄槽21内部に洗浄しようとする被洗浄物28を入れる。次に、容器29から仕切り弁32を介して洗浄溶媒（液体）を送液し、この洗浄溶媒を高圧ポンプ26により圧縮するとともにヒーター25により加熱する。これにより洗浄溶媒は臨界圧力及び臨界温度を越え超臨界状態となる。そして、この

超臨界状態となった洗浄溶媒（超臨界流体）を仕切り弁31を介して耐圧洗浄槽21内に導入し、ワーク28と接触させ、超臨界流体の特性である高い溶解度と高い拡散係数を利用し洗浄を行う。洗浄が終わると弁33を開け、洗浄を行った後の汚れた超臨界流体を分離槽22に導く。分離槽22では、圧力を減少させて、洗浄溶媒をガス相と汚れ相とに分離する。汚れの分離された気体状態の洗浄溶媒は、再利用するために、減圧弁35を介して液化装置23で液化され、液溜器24に貯蔵される。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】ところで、液晶・半導体の洗浄においては、重金属汚染は特に取り除かなければならない汚れの一つである。しかしながら、従来の超臨界流体洗浄においては、被洗浄物を入れる耐圧洗浄槽がステンレス等の金属製であるため、耐圧洗浄槽からの重金属が超臨界流体中に溶け込み、結果として被洗浄物を汚染してしまう可能性があるという問題がある。

【0012】この問題を解決するには、耐圧洗浄槽を非金属材料製にすれば良いが、この場合、超臨界流体のような高圧のものを貯蔵するには、非金属材料製の洗浄槽を大型化してその強度を上げる必要がある。例えば、二酸化炭素を洗浄溶媒として用いた場合、その圧力を100atm程度に通常設定するが、この場合、当然100atmに耐え得る非金属材料性の洗浄槽を用意しなければならない。その結果、装置のスペースが大きくなってしまふ。また、圧力・温度変化に対し、金属製に比べて信頼性が低くなるという問題がある。

【0013】本発明はこれら欠点を除くためになされたものであり、重金属による被洗浄物の汚染を防止でき、且つ、簡単な構成の超臨界流体洗浄装置を提供することを目的とする。

【0014】

【課題を解決するための手段】請求項1に記載の超臨界流体洗浄装置は、超臨界流体に被洗浄物質を接触させることで、前記被洗浄物質を洗浄する超臨界流体洗浄装置において、非金属材料からなり前記被洗浄物質を載置して超臨界流体と接触させる非金属製内槽を内部に有する2重槽構造の洗浄槽と、前記非金属製内槽の内外の圧力を略同一とする圧力調整手段と、を有するものである。

【0015】請求項2に記載の超臨界流体洗浄装置は、超臨界流体に被洗浄物質を接触させることで、前記被洗浄物質を洗浄する超臨界流体洗浄装置において、非金属材料からなり前記被洗浄物質を載置して超臨界流体と接触させる非金属製内槽を内部に有する2重槽構造の洗浄槽と、前記非金属製内槽の内部及び外部に同時に超臨界流体を導出入せしめる超臨界流体供給手段と、前記非金属製内槽の外部から内部への超臨界流体の移動を防止する防止手段を有してなるものである。

【0016】請求項3に記載の超臨界流体洗浄装置は、超臨界流体に被洗浄物質を接触させることで、前記被洗浄物質を洗浄する超臨界流体洗浄装置において、非金属材料からなり前記被洗浄物質を載置して超臨界流体と接触させる非金属製内槽を内部に有する2重槽構造の洗浄槽と、前記非金属製内槽の内部及び外部の圧力を検出する圧力検出手段と、該圧力検出手段の出力に基づき、前記非金属製内槽の内部及び外部の圧力を略同一としながら、前記非金属製内槽の内部及び外部に同時に超臨界流体を導出入せしめる同圧超臨界流体供給手段と、を有してなるものである。

【0017】

【発明の実施の形態】以下に、本発明の一実施の形態について図面に基つて説明する。

【0018】図1は、本実施の形態の超臨界流体洗浄装置の構成を示すブロック図である。図1において、10は濃縮相ガスである洗浄溶媒を貯蔵するガスボンベ、7は洗浄溶媒を加圧する加圧ポンプ、6は洗浄溶媒を加熱する加熱器、1は洗浄槽、5は非金属材料からなる非金属製内槽、2は洗浄後の洗浄溶媒から汚染物質を分離する分離槽、3は分離槽で汚れの除去された洗浄溶媒を液化する液化装置、4は液化した洗浄溶媒を貯蔵する液溜器、12～15は仕切り弁、16は減圧弁、17、18は逆止弁である。なお、ここで、ガスボンベ10、加熱器6、加圧ポンプ7は請求項における超臨界流体供給手段を、逆止弁17、18は防止手段を構成している。

【0019】非金属製内槽5は、洗浄槽1内部において図示しない支持手段により固定されている。洗浄槽1と非金属製内槽5は、洗浄槽1の内壁と非金属製内槽5の外壁との間に隙間（以下、隙間領域11と記す）を有して配置されている。そして、非金属製内槽5は、非金属製内槽用蓋19を閉とすることによりシールドされ、隙間領域11との間の流体の出入りが防止されるようになっている。

【0020】非金属製内槽5には、流入用配管101、流出用配管103が接続されており、それらの配管101、103を通して超臨界流体が流出入される。一方、洗浄槽1には流入用配管102、流出用配管104が接続されており、その配管102、104を通して隙間領域11に超臨界流体が流出入される。

【0021】以下、図1に示した本実施の形態の洗浄装置による被洗浄物の洗浄方法について説明する。なお、ここでは、洗浄溶媒として取り扱いが容易であることから二酸化炭素を使用するが、下記の表1に記載したような様々な洗浄溶媒を使用することが可能である。

【0022】

【表1】

ガス名	臨界温度 °C	臨界圧力 atm	分子量
二酸化炭素	31.3	72.9	44
二窒化酸素	36.5	72.5	44
酸素	-118.8	49.7	32
窒素	-147.1	33.5	28
塩素	144.0	76.1	71
メチルエーテル	235.0	47.0	58

【0023】まず、洗浄しようとする液晶・半導体装置等の被洗浄物9を非金属製内槽5に搬入し、搬入終了後に非金属製内槽用蓋19と2重構造になった洗浄槽の蓋8を閉める。

【0024】次に、仕切り弁13を開放して、ガスボンベ10から洗浄溶媒（二酸化炭素）を加圧ポンプ7により加圧するとともに加熱器6で昇温して、超臨界状態（31.3℃以上72.9atm以上の流体）とする。

【0025】この超臨界流体を、仕切り弁12を介して、非金属製内槽5内に導入すると共に洗浄槽1内の隙間領域11に導入する。これにより、非金属製内槽5と隙間領域11の内部の超臨界流体の圧力を略同一（両者ともほぼ100atm）となる。

【0026】この状態で所定時間置くことにより、被洗浄物9は超臨界流体により洗浄される。このとき、流入用配管102に逆止弁17を設けているため、隙間領域11から非金属製内槽5内に超臨界流体が逆流することではなく、常にクリーンな洗浄が確保できる。

【0027】洗浄終了後、仕切り弁14を開けて、洗浄により汚染された超臨界流体を非金属製内槽5内から流出用配管103より逆止弁18を介して分離槽2に導く。同時に隙間領域11内の超臨界流体も流出用配管104より分離槽2に導く。このように、非金属製内槽1、隙間領域11から同時に洗浄溶媒を分離槽2に移すため、非金属製内槽5の内外圧力は常に略同圧とすることができる。なお、このとき、逆止弁18の働きにより、非金属製内槽5から排出された汚れた超臨界流体が、再び非金属製内槽5内に逆流することはない。

【0028】続いて、分離槽2に移送された汚れを含んだ超臨界流体を、減圧弁16にて規定圧に減圧し、汚れを分離槽2内に残して気化したガスのみを液化装置3に送る。

【0029】液化装置3は、送られてきた気体ガスを液化して液溜器4に貯蔵する。液溜器4に貯蔵された液化ガスは、次回以降の洗浄の際に仕切り弁15を介して加圧ポンプ7に供給される。

【0030】以上のように本超臨界流体洗浄装置によれば、被洗浄物及び洗浄溶媒が直接金属面に接することなく洗浄が可能になるため、洗浄装置からの重金属汚染を最小限に抑えることができる。

【0031】また、非金属製内槽内の洗浄溶媒の圧力と非金属製内槽の外部（隙間領域）に同時に超臨界流体を導入することでそれらの間の圧力を略同一とするため、非金属製内槽にかかる力が低減する。したがって、非金属製内槽を例えば100atmの圧力に耐え得るような強度の大きなものとする必要がなくなり、装置の小型化、低コスト化を実現できる。なお、図1において非金属製内槽5及び隙間領域11に超臨界流体を同時に導出入する配管系は請求項1における圧力調整手段を構成している。

【0032】図2は、本発明の超臨界流体洗浄装置の変形例を示す概略構成図である。この超臨界流体洗浄装置は、図1に示した超臨界流体洗浄装置における逆止弁17、18の代わりに自動弁50、51を設け、さらに非金属製内槽5内の圧力を測定する圧力検知器52及び洗浄槽1の隙間領域11の内部の圧力を測定する圧力検知器53を設けている。なお、図2においては図1と同一部分は同一符号を付しており、以下その同一部分については説明を省略する。

【0033】このような超臨界流体洗浄装置は、圧力検知器52、53（請求項における圧力調整手段）の検知結果を受けて自動弁50、51の制御を行う。これにより、洗浄溶媒の非金属製内槽5及び隙間領域11への流出入時及び洗浄中において、常に隙間領域11と非金属製内槽5内の圧力を略同一に安定制御できる。よって、非金属製内槽が内外の圧力差により破壊することをより確実に防止できる。また、自動弁50、51により非金属製内槽5から排出された汚れた超臨界流体が、再び非金属製内槽5内に逆流することがなく、クリーン度を保てる。なお、ここにおける超臨界流体の導出入系は請求項における同圧超臨界流体供給手段を構成している。

【0034】なお、以上の実施の形態では、隙間領域に非金属製内槽と同一のガスボンベから洗浄溶媒を供給したがこれに限るものではない。また、隙間領域に供給するものは、非金属製内槽内に供給する超臨界流体と同一のものでなくともよい。なお、隙間領域と非金属製内槽内部の圧力は、非金属製内槽内での洗浄中はもちろん、洗浄溶媒の導入中及び導出中においても略同一であることが望ましい、したがって、隙間領域と非金属製内槽へのガス導入、導出は常に制御されていることが望まし

い。

【0035】なお、非金属製内槽の材質としては石英ガラスやバイレックス等が、洗浄槽の材質としてはステンレス鋼等が使用可能である。

【0036】

【発明の効果】本発明によれば、超臨界流体洗浄装置による、液晶・半導体などの洗浄での欠点であった、装置からの重金属2次汚染を抑え、超臨界流体洗浄装置の特徴を生かした、効率的な洗浄が可能となる。

【0037】また、非金属製内槽の内外の圧力を略同一とするため、非金属製内槽の強度的に大きいものとする必要がなくなり、小型化、低コスト化を実現できる。また、超臨界流体の圧力は、外槽で支えるため、内槽が非金属製であっても危険はない。

【0038】さらに、非金属製内槽の内外に同時に超臨界流体を導入することにより、非金属製内槽の内外圧力を簡単に略同圧とすることができる。また、非金属製内槽の外部から内部への超臨界流体の移動を防止するため、クリーン度の確保が実現できる。

＊

＊【0039】また、非金属製内槽の内外の圧力を検出し、それらが略同一となるように制御することにより、より確実に非金属製内槽の内外の圧力を一定とすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の超臨界流体洗浄装置の一実施の形態を説明する概略構成図である。

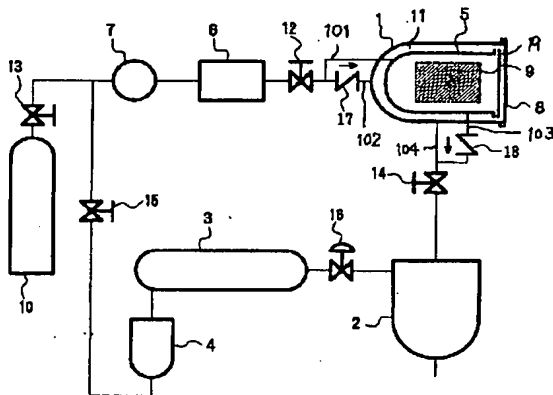
【図2】本発明の超臨界洗浄装置の変形例を説明する概略構成図である。

10 【図3】従来の超臨界流体洗浄装置の構成を説明する概略構成図である。

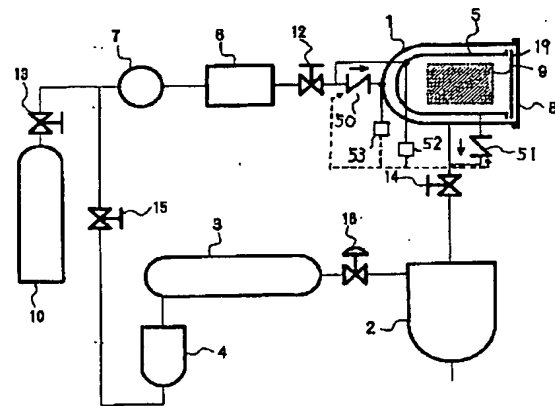
【符号の説明】

- 1 洗浄槽
- 5 非金属製内槽
- 9 被洗浄物
- 11 隙間領域
- 17, 18 逆止弁
- 50, 51 自動弁
- 52, 53 圧力検知器

【図1】



【図2】



【図3】

